

ISO/TC 190/SC 3

~~Date: 2017-02~~

ISO 14869-3:2017(F)

ISO/TC 190/SC 3/GT

Secrétariat: DIN

Deleted: Date: 2016-10-20†
ISO/FDIS 14869-3:2016(F)†

**Qualité du sol — Mise en solution pour la détermination des teneurs
élémentaires totales — Partie 3: Mise en solution par l'acide fluorhydrique,
l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique à l'aide de la technique des micro-
ondes pressurisées**

*Soil quality — Dissolution for the determination of total element content — Part 3: Dissolution with hydrofluoric,
hydrochloric and nitric acids using pressurised microwave technique*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14869-3:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eed22071-079e-49c9-bd82-7ad2c8489f92/iso-14869-3-2017>

Type du document: Norme internationale
Sous-type du document:
Stade du document: (50) Approbation
Langue du document: F

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html

Le présent document a été élaboré par le comité technique TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Méthodes chimiques et caractéristiques du sol*.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 14869 est disponible sur le site Internet de l'ISO.

Deleted: www.iso.org/directives

Field Code Changed

Deleted: [patents](#)

Deleted: l'ISO

Deleted: l'évaluation

Deleted: autre

Deleted: l'adhésion

Deleted: l'ISO

Deleted: www.iso.org/iso/foreword.html

Deleted: comité chargé de l'élaboration du

Deleted: est l'ISO/

Introduction

Le présent document est un module d'analyse des paramètres inorganiques dans les sols et les matériaux du sol. Le présent document concerne la mise en solution complète en vue de l'analyse ultérieure des éléments.

Un mélange d'acide nitrique, d'acide fluorhydrique et d'acide chlorhydrique sera utilisé pour complètement mettre en solution la plupart des sols et matériaux similaires. Les solutions obtenues peuvent être déterminées séparément ou après combinaison par spectrométrie d'absorption atomique (AAS), spectrométrie d'émission optique avec plasma à couplage inductif (ICP-OES) ou spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14869-3:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eed22071-079e-49c9-bd82-7ad2c8489f92/iso-14869-3-2017>

Qualité du sol — Mise en solution pour la détermination des teneurs élémentaires totales — Partie 3: Mise en solution par l'acide fluorhydrique, l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique à l'aide de la technique des micro-ondes pressurisées

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de mise en solution assistée par micro-ondes d'échantillons de sol pour la détermination des teneurs élémentaires totales de:

Al, As, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cs, Cu, Fe, Hg, K, Li, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, S, Se, Sb, Sr, Tl, V et Zn

à l'aide d'un mélange d'acide nitrique (HNO₃), d'acide fluorhydrique (HF) et d'acide chlorhydrique (HCl). La méthode s'applique à tous les types de sols et de matériaux du sol.

Le principal domaine d'application est le domaine géologique et pédologique.

Le mélange acide permet de complètement mettre en solution les éléments contenus dans le sol (majeurs, mineurs et traces) mais certains composés réfractaires tels que le SiO₂, le TiO₂, le spinelle, l'Al₂O₃ ou d'autres composés peuvent rester sous forme de résidus. Dans ce cas, il est recommandé d'utiliser la fusion alcaline, conformément à l'ISO 14869-2, pour déterminer les teneurs élémentaires totales réelles.

NOTE 1 Dans les études environnementales, l'extraction à l'eau régale est généralement appliquée conformément à l'ISO 12914 ou l'ISO 11466.

Les solutions produites par la méthode des micro-ondes conviennent à l'analyse, par exemple, en utilisant la spectrométrie d'absorption atomique (FAAS, HGAAS, CVAAS, GFAAS), la spectrométrie d'émission optique avec plasma à couplage inductif (ICP-OES) et la spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS).

NOTE 2 En raison de la présence de chlorure dans la solution de minéralisation, il peut exister des limitations concernant l'application de certaines techniques d'analyse.

2 Références normatives

Les documents suivants sont référencés dans le texte de sorte qu'une partie ou la totalité de leur contenu constitue les exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

[ISO 11074, Qualité du sol — Vocabulaire](#)

ISO 11464, *Qualité du sol — Prétraitement des échantillons pour analyses physico-chimiques*

ISO 14869-3:2017(F)

ISO 11465, *Qualité du sol — Détermination de la teneur pondérale en matière sèche et en eau — Méthode gravimétrique*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 11074, l'ISO 11464 et l'ISO 11465 s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <http://www.iso.org/obp>

Deleted: <http://www.electropedia.org/>

Deleted: <http://www.iso.org/obp>

4 Consignes de sécurité

L'ensemble de ces tâches doit être effectué par des personnes formées à cet effet.

Les réactifs utilisés dans le présent document sont extrêmement corrosifs et potentiellement très dangereux. Des précautions de sécurité sont absolument nécessaires en raison de la présence de réactifs très corrosifs, de températures élevées et de hautes pressions.

L'ensemble des modes opératoires doit être effectué sous une hotte ou un système hermétique de ventilation forcée. L'utilisation de réactifs très oxydants peut entraîner la formation d'intermédiaires organiques explosifs, notamment en cas de manipulation d'échantillons à forte teneur en matière organique. Ne pas ouvrir les récipients pressurisés avant refroidissement. Éviter tout contact avec les produits chimiques et les produits réactionnels gazeux.

DANGER — L'acide fluorhydrique est dangereux s'il est inhalé sous forme de vapeur ou s'il entre en contact avec la peau et les muqueuses. Il convient de noter que les effets d'une exposition à cet acide peuvent ne pas être apparents avant plusieurs heures, notamment sur la peau, durée après laquelle le traitement médical peut être difficile. Il est recommandé aux utilisateurs du présent document de se familiariser avec les précautions nécessaires à prendre en consultant l'avis d'un professionnel et d'un médecin, le cas échéant. Il est indispensable d'utiliser une hotte d'aspiration efficace, des gants en caoutchouc, des lunettes ou une protection faciale et des dispositifs de pipettage protégés. Respecter les précautions de sécurité relatives à la manipulation de l'acide fluorhydrique.

AVERTISSEMENT — Plusieurs étapes du mode opératoire sont potentiellement dangereuses, notamment celles impliquant l'utilisation d'acides concentrés sous des conditions pressurisées. Il convient que les utilisateurs du présent document se familiarisent avec les précautions de sécurité nécessaires et, le cas échéant, avec les exigences légales relatives à l'emploi de ces produits. En cas de doute, demander l'avis d'un professionnel.

5 Principe

L'échantillon pour laboratoire doit être traité conformément aux principes de l'ISO 11464 afin de produire un échantillon pour essai homogène à partir duquel une prise d'essai représentative peut être sous-échantillonnée et complètement mise en solution dans un mélange acide par chauffage assisté par micro-ondes.

6 Interférences et sources d'erreur

Pendant la détermination des éléments traces, toute contamination doit être évitée. Le conteneur dans lequel l'échantillon est livré et stocké peut être une source d'erreurs. Le matériau du conteneur doit être choisi de façon qu'il n'absorbe pas les éléments à déterminer (par exemple, le Hg élémentaire peut pénétrer très rapidement dans les parois en polyéthylène et ce, dans les deux sens).

Le broyage ou le meulage des échantillons comporte un risque de contamination de l'échantillon par l'environnement (par exemple, air, poussière, usure de l'équipement de broyage). En raison de la volatilité de certains composés, il est important de veiller à ne pas chauffer l'échantillon avant la mise en solution et à empêcher la diffusion des produits réactionnels volatils susceptibles de se former pendant la mise en solution.

Pour la détermination des éléments formant les composés volatils (par exemple, Hg, As, Cr, Se), une attention particulière doit être prêtée pendant le prétraitement des échantillons et les minéralisations pressurisées.

Des concentrations élevées en acides et en éléments majeurs dissous dans la solution de mise en solution peuvent provoquer des interférences dans la méthode analytique.

Selon la concentration des éléments étudiés, une attention particulière doit être prêtée au nettoyage de l'équipement de laboratoire. Il est recommandé de nettoyer soigneusement l'ensemble de l'équipement de laboratoire et au moins de laisser l'équipement tremper toute une nuit dans de l'acide nitrique à 5 %.

Certains éléments étudiés peuvent être perdus en raison de la précipitation avec les ions présents dans la solution de minéralisation, par exemple les composés faiblement solubles du chlorure, du fluorure ou du sulfate. Avant de commencer la filtration, il convient d'ajouter de l'acide borique pour neutraliser l'excédent d'acide fluorhydrique et remettre en solution les fluorures insolubles. Éviter toute contamination pendant la filtration.

7 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

7.1 Eau

L'eau déminéralisée ou distillée utilisée doit être au moins conforme à la qualité 2 de l'ISO 3696.

Deleted: au grade

Il est recommandé d'utiliser une eau provenant d'un même lot pour une série de déterminations donnée. Des essais à blanc sont effectués dans chaque série de déterminations des échantillons.

7.2 Acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$; $\rho = 1,18 \text{ g/ml}$; $w(\text{HCl}) = 36 \%$.

7.3 Acide nitrique, $c(\text{HNO}_3) = 14,3 \text{ mol/l}$; $\rho = 1,4 \text{ g/ml}$; pas moins de $w(\text{HNO}_3) = 65 \%$.

7.4 Acide nitrique, dilué, $c(\text{HNO}_3) = 0,5 \text{ mol/l}$, compléter 35 ml d'acide nitrique (7.3) à 1 l avec de l'eau (7.1).

7.5 Acide fluorhydrique, $c(\text{HF}) = 22,6 \text{ mol/l}$, $\rho = 1,13 \text{ g/ml}$, $w(\text{HF}) = 40 \%$.

7.6 Agent anti-mousse

ISO 14869-3:2017(F)

Par exemple, le *n*-dodécane (C₁₂H₂₆) ou l'éther de *p*-(1,1,3,3-tétraméthylbutyl)-phényle de polyéthylène glycol (C₁₄H₂₂O(C₂H₄O)_{*n*}) est approprié.

7.7 Solution d'acide borique, $w(\text{H}_3\text{BO}_3)$ environ 4 %.

Dissoudre 20 g d'acide borique (H₃BO₃) dans 450 ml d'eau et compléter à 500 ml avec de l'eau. Conserver cette solution dans un flacon en polyéthylène. La limite de solubilité du H₃BO₃ est de 49 g dans 1 000 ml d'eau.

8 Appareillage

L'ensemble de la verrerie et du matériel plastique doit être adéquatement nettoyé et stocké afin d'éviter toute contamination.

8.1 Système de mise en solution assistée par micro-ondes

8.1.1 Exigences concernant l'appareil à micro-ondes, appareil à micro-ondes pour minéralisations pressurisées, de préférence disposant d'un régulateur de température, avec contrôle de la pression réservé à un usage en laboratoire.

La cavité de l'appareil à micro-ondes de laboratoire doit être bien ventilée et résistante à la corrosion. Pour un fonctionnement sûr, tous les éléments électroniques doivent être protégés contre la corrosion. Les exigences relatives à la régulation de température nécessitent que la température soit mesurée avec une précision de $\pm 2,5$ °C et que la puissance de sortie du champ de micro-ondes soit ajustée automatiquement dans les deux secondes suivant le début de la détection. Il convient que les capteurs de température soient précis à ± 2 °C (y compris à la température de réaction finale de (175 ± 5) °C). La régulation thermique à rétroaction est le principal mécanisme de performance de la méthode. En raison de la variabilité au sein des matrices d'échantillons et de l'appareil à micro-ondes (c'est-à-dire, différents types de récipients et conceptions de micro-ondes), la régulation thermique pendant le processus de mise en solution est importante pour garantir un chauffage par micro-ondes reproductible pour différents appareils.

La précision du système de mesure de la température doit être contrôlée périodiquement à une température élevée, conformément aux instructions du fabricant. Si la température s'écarte de plus de 2,5 °C par rapport à la température mesurée par un système de mesure de la température externe et étalonné, il convient d'étalonner le système de mesure de la température de l'appareil à micro-ondes.

8.1.2 Plateau rotatif

Il convient que la vitesse minimale du plateau soit de 3 r/min. D'autres types d'appareils utilisés pour faciliter l'uniformisation du champ de micro-ondes peuvent également être appropriés.

8.1.3 Récipients de mise en solution par micro-ondes

Le matériau des récipients de minéralisation doit être transparent aux micro-ondes et résistant aux réactifs et à la température. Il peut s'agir notamment de fluorocarbone (par exemple, PTA ou TFM). Les récipients peuvent être placés dans différents conteneurs transparents aux micro-ondes dans un souci de stabilité, de durabilité et de sécurité. Il convient que le volume interne des récipients de mise en solution soit de préférence de 100 ml. La paroi interne des récipients doit être inerte et ne doit pas libérer de substances dans le digestat à un niveau supérieur aux exigences de pureté de l'analyse ultérieure. Les récipients doivent être adaptés à une application fiable dans la gamme de température et de pression appliquée, capables de supporter des pressions d'au moins 20 bar et équipés d'un dispositif de sécurité de surpression. La mesure de la température à l'intérieur des réacteurs fermés est le

principal mécanisme de contrôle et de régulation de la température. Un capteur de température doit être installé dans un ou plusieurs récipients pendant toute la durée de la décomposition pour contrôler la température au cours de la minéralisation.

8.2 Papiers-filtres

Utiliser un papier-filtre à base de cellulose, durci et résistant au mélange acide, ou une membrane filtrante appropriée d'une porosité de 0,45 µm. Il convient d'effectuer la filtration dans un dispositif en verre après avoir ajouté de l'acide borique. Il est également possible d'utiliser un dispositif de filtration sur membrane tout en plastique et une fiole jaugée en polypropylène.

8.3 Fioles jaugées, capacité de 100 ml ou plus, en verre borosilicaté ou en polypropylène.

8.4 Balance, précision de 0,1 mg.

9 Échantillonnage et prétraitement des échantillons

9.1 Prétraitement des échantillons

Prétraiter les échantillons conformément à l'ISO 11464.

9.2 Prétraitement de la prise d'essai

L'échantillon pour essai doit être une partie représentative de l'échantillon pour laboratoire concernant les éléments étudiés, et doit être suffisamment homogène pour l'analyse.

Il convient que le prétraitement inclue le séchage et la réduction granulométrique à une granulométrie inférieure à 250 µm, de préférence à 125 µm. La masse des échantillons pour essai doit être suffisante pour les multiples modes opératoires de minéralisation et pour la détermination de la matière sèche. La détermination de la teneur en matière sèche selon l'ISO 11465 doit être effectuée en utilisant une partie séparée de l'échantillon pour essai.

10 Mode opératoire

10.1 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc parallèlement à la détermination, en utilisant le même mode opératoire, les mêmes quantités de réactifs, mais en omettant la prise d'essai (10.2).

10.2 Prise d'essai

Peser le récipient de minéralisation vide avec son couvercle. Peser, à 0,1 mg près, environ 0,5 g (sur la base de la matière sèche) de l'échantillon pour essai. Des masses d'échantillons de 0,2 g à 0,5 g peuvent être utilisées si le volume du récipient de minéralisation et la résistance à la pression maximale sont suffisants. S'assurer que la quantité de prise d'essai choisie est représentative de l'échantillon pour essai et de l'échantillon pour laboratoire.

Conformément aux spécifications du fabricant, il convient de tenir compte des limites supérieures de la masse de la prise d'essai.

10.3 Mise en solution

Humidifier la prise d'essai contenue dans le récipient de minéralisation avec quelques gouttes d'eau (7.1). Ajouter séparément ($6 \pm 0,1$) ml d'acide chlorhydrique (7.2), ($2 \pm 0,1$) ml d'acide nitrique (7.3) et ($2 \pm 0,1$) ml de HF (7.5) dans le récipient de minéralisation (8.1.3) et bien mélanger.

En cas de vive réaction, laisser la réaction se calmer avant de fermer le récipient. En cas de formation excessive de mousse, ajouter une goutte d'agent anti-mousse (7.6).

La quantité d'acide nitrique est suffisante pour oxyder environ 250 mg de carbone organique dans l'échantillon. Si la teneur en carbone organique est plus élevée, ajouter encore 0,5 ml d'acide nitrique (7.3) pour chaque 50 mg de carbone organique.

Fermer le récipient de minéralisation (8.1.3) et le peser. Raccorder le récipient de minéralisation à l'appareil à micro-ondes et le placer dans le carrousel. Remplir systématiquement la totalité des positions de l'appareil à micro-ondes (en général, 6, 12, 16 ou 40 positions). Si l'ensemble des positions n'est pas occupé par des prises d'essai, remplir les récipients de minéralisation restants avec la même quantité de mélange acide que celle présente dans les récipients d'échantillons pour s'assurer que l'énergie est absorbée de manière uniforme.

Ne pas augmenter la température à une vitesse de plus de 15 °C/min. Sélectionner soigneusement le programme de température pour éviter toute hausse de pression supérieure à 0,2 bar/s à 0,3 bar/s. Le programme de températures du Tableau 1 est donné à titre d'exemple.

Tableau 1 — Exemple de programme de température pendant la mise en solution d'un échantillon de sol

| Étape | Température °C | Augmentation min:s | Maintien min:s | Ventilateur |
|-------|---|-----------------------|-------------------|-------------|
| 1 | 90 | 15:00 | 5:00 | 1 |
| 2 | 140 | 5:00 | 10:00 | 1 |
| 3 | 175 | 5:00 | 10:00 | 1 |
| 4 | Température ambiante (20 °C à 25 °C) | 00:00 | 20:00 | 2 |

NOTE 1 Une augmentation trop rapide de la température peut provoquer des réactions exothermiques susceptibles d'entraîner une ouverture de la soupape de sûreté haute pression et une perte des analytes.

NOTE 2 Au lieu d'un mélange de HCl, HNO₃, HF et H₃BO₃, un mélange de HCl, HNO₃ et HBF₄ peut être utilisé si des données de validation interne applicables à toutes les matrices de sol concernées sont fournies par le laboratoire.

Laisser le récipient de minéralisation refroidir jusqu'à température ambiante avant de l'ouvrir, faute de quoi les composés volatils du fluorure ou du chlorure risquent de s'échapper.

Peser à nouveau chaque récipient de minéralisation et noter leur masse. La différence entre avant et après la minéralisation du contenu du récipient (prise d'essai et acide) peut être considérée comme acceptable si la perte de masse est inférieure à 10 % à 15 %. En cas de pertes plus élevées, un dégagement inacceptable de fumées s'est produit et l'échantillon doit être éliminé.

Rouvrir et ventiler le récipient de minéralisation sous une hotte aspirante. Complexer l'acide fluorhydrique dans l'excédent d'acide borique en ajoutant 20 ml d'une solution d'acide borique à 4 %